# Sealable white film of polypropylene polymers with good mechanical properties.

Patent Number:

EP0475110

Publication date:

1992-03-18

Inventor(s):

MURSCHALL URSULA DR (DE); PEIFFER HERBERT DR (DE); SCHLOEGL GUNTER DR (DE)

Applicant(s):

**HOECHST AG (DE)** 

Requested Patent:

EP0475110, B1

Application Number: EP19910113739 19910816

Priority Number(s): DE19904026656 19900823

IPC Classification:

B32B27/20; B65D65/40

EC Classification:

B32B27/20; B65D65/40

Equivalents:

DE4026656, ES2125230T, FI106009B, FI913952, ZA9106645

Cited Documents:

EP0244614; GB1047539; DE2646965; DE3817909; JP59193936

#### **Abstract**

The invention relates to a biaxially stretch-oriented, white film having a base layer based on propylene polymers which contains particles of titanium dioxide and has at least one outer layer on one or both surfaces. The titanium dioxide particles have a coating comprising an inorganic oxide and an organic compound containing polar and nonpolar groups.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

## **Description**

Die Erfindung bezieht sich auf eine biaxial streckorientierte, weisse Folie mit einer Trägerschicht auf Basis von Propylenpolymeren, die Teilchen aus Titandioxid enthält und auf einer oder beiden Oberflächen mindestens eine Deckschicht aufweist.

Eine Folie dieser Art ist beispielsweise aus der EP-A-0 244 614 bekannt. Die Trägerschicht dieser Folie besteht aus einer Polymermischung von Polypropylen und Polystyrol und enthält 5 bis 15 Gew.-% pulverförmige Füllstoffe. Als geeignete Füllstoffe werden auch Mischungen aus Calciumcarbonat, Siliciumdioxid und Titandioxid eingesetzt. Die Teilchengrösse liegt im Bereich von 2 bis 5 Mikrometer. Es ist auch Stand der Techni, Titandioxid-Pigmente mit einem Überzug aus Kieselsäure und Tonerde in thermoplastische Kunststoffe einzuarbeiten (DE-A-27 40 561). Die EP-B-0 044 515 gibt die Lehre, die mit den Oxiden von Aluminium, Zink, Titan, Zirconium und/oder Magnesium sowie einer organischen Substanz wie langkettige Fettsäuren, Alkohole oder Polydimethylsiloxan überzogenen TiO2-Pigmente in Kunststoffüberzügen z.B. aus Polyethylen für Papier zu verwenden. Schliesslich ist es aus der DE-A-26 46 965 bekannt, TiO2-oder CaCO3-Teilchen mit einem Überzug aus einem Fettsäureester als Füllstoff in thermoplastischen Kunstharzen, z.B. Polypropylen, einzusetzen. Es wurde ferner eine Polypropylenfolie beschrieben, die mit SiO2 und Al2O3 überzogene TiO2-Partikel enthält, welche gegebenenfalls mit einer polymeren organischen Siliciumverbindung oder einem Polyol beschichtet sind (DE-A-38 17 909).

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es nun, den Weissgrad und die mechanischen Eigenschaften von Folien der eingangs genannten Art zu verbessern. Die Folie sollte weiterhin gute Alterungseigenschaften aufweisen. Hierunter ist die Eigenschaft zu verstehen, dass die Polymeren unter Einwirkung von elektromagnetischer Strahlung, wie Licht und insbesondere UV-Strahlen, nur geringe Abbauerscheinungen oder Versprödung zeigen, die zu einer Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften und Vergilbung der weissen Folie führen. Insbesondere ist die Neigung zur Vergilbung dann störend, wenn die weisse Folie zur werbewirksamen Umhüllung von Gegenständen, wie z.B. als Verpackungsfolie, Etikett oder als Kaschierfolie auf Karton, Pappe oder Papier eingesetzt wird. Ferner sollte die Folie eine gute Barriere gegenüber Licht und insbesondere UV-Strahlung bilden, so dass sie sich zur Verpackung strahlungsempfindlicher Güter, wie z.B. fetthaltiger Lebensmittel, besonders eignet. Eine weitere Aufgabe der Erfindung lag darin, ein wirtschaftliches Verfahren





① Veröffentlichungsnummer: 0 475 110 A1

(12)

## **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(1) Anmeldenummer: 91113739.6

(5) Int. Cl.5: **B32B** 27/20, B65D 65/40

2 Anmeldetag: 16.08.91

@ Priorität: 23.08.90 DE 4026656

Veröffentlichungstag der Anmeldung: 18.03.92 Patentblatt 92/12

Benannte Vertragsstaaten: BE DE ES FR GB IT

7 Anmelder: HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT Postfach 80 03 20 W-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

Erfinder: Murschall, Ursula, Dr. Im Bacchuswinkel 11 W-6505 Nierstein(DE) Erfinder: Peiffer, Herbert, Dr. Thüringer Strasse 26 W-6500 Mainz-Finthen(DE) Erfinder: Schlögl, Gunter, Dr. Finkenweg 2 W-6233 Kelkheim(DE)

- Siegelbare, weisse Folle aus Polypropylenpolymeren mit guten mechanischen Eigenschaften.
- Die Erfindung betrifft eine biaxial streckorientierte, weiße Folie mit einer Trägerschicht auf Basis von Propylenpolymeren, die Teilchen aus Titandioxid enthält und auf einer oder beiden Oberflächen mindestens eine Deckschicht aufweist. Die Titandioxidteilchen weisen einen Überzug, bestehend aus einem anorganischen Oxid und einer organischen Verbindung mit polaren und unpolaren Gruppen, auf.

Die Erfindung bezieht sich auf eine biaxial streckorientierte, weiße Folie mit einer Trägerschicht auf Basis von Propylenpolymeren, die Teilchen aus Titandioxid enthält und auf einer oder beiden Oberflächen mindestens eine Deckschicht aufweist.

Eine Folie dieser Art ist beispielsweise aus der EP-A-0 244 614 bekannt. Die Trägerschicht dieser Folie besteht aus einer Polymermischung von Polypropylen und Polystyrol und enthält 5 bis 15 Gew.-% pulverförmige Füllstoffe. Als geeignete Füllstoffe werden auch Mischungen aus Calciumcarbonat, Siliciumdioxid und Titandioxid eingesetzt. Die Teilchengröße liegt im Bereich von 2 bis 5 Mikrometer. Es ist auch Stand der Techni, Titandioxid-Pigmente mit einem Überzug aus Kieselsäure und Tonerde in thermoplastische Kunststoffe einzuarbeiten (DE-A-27 40 561). Die EP-B-0 044 515 gibt die Lehre, die mit den Oxiden von Aluminium, Zink, Titan, Zirconium und/oder Magnesium sowie einer organischen Substanz wie langkettige Fettsäuren, Alkohole oder Polydimethylsiloxan überzogenen TiO<sub>2</sub>-Pigmente in Kunststoffüberzügen z.B. aus Polyethylen für Papier zu verwenden. Schließlich ist es aus der DE-A-26 46 965 bekannt, TiO<sub>2</sub>-oder CaCO<sub>3</sub>-Teilchen mit einem Überzug aus einem Fettsäureester als Füllstoff in thermoplastischen Kunstharzen, z.B. Polypropylen, einzusetzen. Es wurde ferner eine Polypropylenfolie beschrieben, die mit SiO<sub>2</sub> und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> überzogene TiO<sub>2</sub>-Partikel enthält, welche gegebenenfalls mit einer polymeren organischen Siliciumverbindung oder einem Polyol beschichtet sind (DE-A-38 17 909).

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es nun, den Weißgrad und die mechanischen Eigenschaften von Folien der eingangs genannten Art zu verbessern. Die Folie sollte weiterhin gute Alterungseigenschaften aufweisen. Hierunter ist die Eigenschaft zu verstehen, daß die Polymeren unter Einwirkung von elektromagnetischer Strahlung, wie Licht und insbesondere UV-Strahlen, nur geringe Abbauerscheinungen oder Versprödung zeigen, die zu einer Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften und Vergilbung der weißen Folie führen. Insbesondere ist die Neigung zur Vergilbung dann störend, wenn die weiße Folie zur werbewirksamen Umhüllung von Gegenständen, wie z.B. als Verpackungsfolie, Etikett oder als Kaschierfolie auf Karton, Pappe oder Papier eingesetzt wird. Ferner sollte die Folie eine gute Barriere gegenüber Licht und insbesondere UV-Strahlung bilden, so daß sie sich zur Verpackung strahlungsempfindlicher Güter, wie z.B. fetthaltiger Lebensmittel, besonders eignet. Eine, weitere Aufgabe der Erfindung lag darin, ein wirtschaftliches Verfahren zur Herstellung dieser Folie bereitzustellen.

Diese Aufgabe wird gelöst durch die Folie mit den in Anspruch 1 genannten Merkmalen sowie durch das Verfahren nach Anspruch 8. Die abhängigen Ansprüche geben zweckmäßige Weiterbildungen der Folie bzw. des Verfahrens an.

Das Propylenpolymere der Träger- oder Basisschicht der Folie ist ein isotaktisches Homopolymerisat oder Copolymerisat des Propylens mit Ethylen oder Alpha-Olefinen mit 4 bis 8 C-Atomen oder eine Mischung aus Propylen-Homo- und Propylen-Copolymerisaten und/oder anderen Polyolefinen, insbesondere solchen mit 2 bis 6 C-Atomen, wobei die Mischung mindestens 50, insbesondere mindestens 75 Gew.-% Propylen-Homopolymerisat enthält. Das isotaktische Homopolymerisat hat zweckmäßigerweise einen nheptanlöslichen Anteil von höchstens 15 Gew.-%. In den Copolymerisaten beträgt die Comonomermenge von Ethylen und den Alpha-Olefinen mit 4 bis 8 C-Atomen im allgemeinen maximal 10 Gew.-%, bezogen auf das Copolymerisat. Bevorzugte Comonomere sind Ethylen und Buten-(1). Geeignete Polyolefine in der Polymermischung sind HDPE, LDPE und LLDPE, wobei der Anteil dieser Polyolefine jeweils 15 Gew.-%, bezogen auf die Polymermischung, nicht übersteigt. Diese Polymeren der Basisschicht haben zweckmäßigerweise einen Schmelzflußindex im Bereich von 0,5 g/10 min bis 8 g/10 min bei 230 °C und 2,16 kp Belastung (DIN 53 735), insbesondere von 1,5 g/10 min bis 4 g/10 min.

Die Trägerschicht enthält Titandioxid-Teilchen. Die Titandioxidteilchen bestehen vorzugsweise überwiegend aus Rutil, welcher im Vergleich zu Anatas eine höhere Deckkraft zeigt. In bevorzugter Ausführungsform bestehen die Titandioxidteilchen zu mindestens 95 Gew.-% aus Rutil. Sie können nach einem üblichen Verfahren, z.B. nach dem Chlorid- oder dem Sulfat-Prozeß, hergestellt werden. Ihr Anteil beträgt 7 bis 12 Gew.-%, bezogen auf die Trägerschicht, die mittlere Teilchengröße ist relativ klein und liegt vorzugsweise bei 0,15 bis 0,30 Mikrometer.

Außerdem besitzen die Titandioxidteilchen einen Überzug aus anorganischen Oxiden, wie er üblicherweise als Überzug für TiO2-Weißpigment in Papieren oder Anstrichmitteln zur Verbesserung der Lichtechtheit eingesetzt wird. TiO2 ist bekanntlich photoaktiv. Bei Einwirkung von UV-Strahlen bilden sich freie Radikale auf der Oberfläche der Partikel. Diese freien Radikale können zu den filmbildenden Bestandteilen der Anstrichmittel wandern, was zu Abbaureaktionen und Vergilbung führt. Zu den besonders für den Überzug geeigneten Oxiden gehören die Oxide von Aluminium, Silicium, Zink oder Magnesium oder Mischungen aus zwei oder mehreren dieser Verbindungen. TiO2-Partikel mit einem Überzug aus mehreren dieser Verbindungen werden z.B. in der EP-A-0 044 515 und EP-A-0 078 633 beschrieben. Weiterhin enthält der Überzug organische Verbindungen mit polaren und unpolaren Gruppen. Die organischen Verbindungen müssen bei der Herstellung der Folie durch Extrusion der Polymerschmelze ausreichend

thermostabil sein. Polare Gruppen sind beispielsweise -OH, -OR, -COOX, (X=R, H oder Na, R = Alkyl mit 1 bis 34 C-Atomen). Bevorzugte organische Verbindungen sind Alkanole und Fettsäuren mit 8 bis 30 C-Atomen in der Alkylgruppe, insbesondere Fettsäuren und primäre n-Alkanole mit 12 bis 24 C-Atomen, sowie Polydiorganosiloxane und/oder Polyorganohydrogensiloxane wie z.B. Polydimethylsiloxan und Polymethylhydrogensiloxan.

Der Überzug auf den Titandioxid-Teilchen besteht gewöhnlich aus 1 bis 12, insbesondere 2 bis 6 g anorganischer Oxide und 0,5 bis 3, insbesondere 0,7 bis 1,5 g organischer Verbindung, bezogen auf 100 g Titandioxid-Teilchen. Der Überzug wird auf die Teilchen in wäßriger Suspension aufgebracht. Die anorganischen Oxide werden aus wasserlöslichen Verbindungen, z.B. Alkali-, insbesondere Natriumaluminat, Aluminiumhydroxid, Aluminiumsulfat, Aluminiumnitrat, Natriumsilikat (Wasserglas) oder Kieselsäure in der wäßrigen Suspension ausgefällt.

Unter anorganischen Oxiden wie Al2O3 und SiO2 sind auch die Hydroxide oder deren verschiedene Entwässerungsstufen, wie z.B. Oxidhydrate, zu verstehen, ohne daß man deren genaue Zusammensetzung und Struktur kennt. Auf das TiO<sub>2</sub>-Pigment werden nach dem Glühen und Mahlen in wäßriger Suspension 15 die Oxidhydrate z.B. des Aluminiums und/oder Siliciums gefällt, die Pigmente dann gewaschen und getrocknet. Diese Ausfällung kann somit direkt in einer Suspension geschehen, wie sie im Herstellungsprozeß nach der Glühung und der sich anschließenden Naßmahlung anfällt. Die Ausfällung der Oxide und/oder Oxidhydrate der jeweiligen Metalle erfolgt aus den wasserlöslichen Metallsalzen im bekannten pH-Bereich, für das Aluminium wird beispielsweise Aluminiumsulfat in wäßriger Lösung (pH kleiner 4) eingesetzt und durch Zugabe von wäßriger Ammoniaklösung oder Natronlauge im pH-Bereich zwischen 5 und 9, vorzugsweise zwischen 7 und 8,5 das Oxidhydrat gefällt. Geht man von einer Wasserglas- oder Alkalialuminatlösung aus, sollte der pH-Wert der vorgelegten TiO₂-Suspension im stark alkalischen Bereich (pH größer 8) liegen. Die Ausfällung erfolgt dann durch Zugabe von Mineralsäure, wie Schwefelsäure, im pH-Bereich von 5 bis 8. Nach der Ausfallung der Metalloxide wird die Suspension noch 15 min bis etwa 2 h gerührt, wobei die ausgefällten Schichten eine Alterung erfahren. Das beschichtete Produkt wird von der wäßrigen Dispersion abgetrennt und nach dem Waschen bei erhöhter Temperatur, insbesondere bei 70 bis 110 °C, getrocknet.

Bevorzugt sollte die absolute Teilchengröße von Titandioxid 10 Mikrometer nicht übersteigen, da größere Teilchen die optischen Eigenschaften der Folie sowie die Verfahrenssicherheit bei der Herstellung der Folie verschlechtern.

Ein Gehalt an Titandioxid-Teilchen von 7 bis 12 %, bezogen auf die Trägerschicht (Basisschicht), ist für einen hohen Weißgrad ausreichend.

Die ein- oder beidseitig auf die Tragerschicht aufgebrachten Deckschichten können sowohl heiß- als auch kaltsiegelfähige Schichten sein. Diese Schichten können - bezogen auf die Basisschicht - ein- oder beidseitig vorliegen. Die beidseitigen Deckschichten können aus dem gleichen oder verschiedenen Materialien bestehen. Eine übliche Heißsiegelschicht hat einen Erweichungspunkt, der mindestens 10 °C niedriger als der Erweichungspunkt der Trägerschicht ist. Die Siegelschicht besteht vorzugsweise aus einem Ethylen-Homopolymerisat (Polyethylen hoher Dichte oder Polyethylen niedriger Dichte), einem LLDPE, einem Copolymerisat aus Propylen als Hauptkomponente und Ethylen, vorzugsweise mit einem Ethylen-Anteil von 4 bis 10 Gew.-% (bezogen auf das Copolymerisat), einem Copolymerisat aus Propylen als Hauptkomponente und Buten-(1), vorzugsweise mit einem Buten-Anteil von 10 bis 15 Gew.-% (bezogen auf das Copolymerisat), einem Terpolymerisat aus Propylen, Ethylen und einem Alpha-Olefin mit 4 bis 10 C-Atomen, vorzugsweise einem solchen aus 93,2 bis 99,0 Gew.-% Propylen, 0,5 bis 1,9 Gew.-% Ethylen und 0,5 bis 4,9 Gew.-% eines Alpha-Olefins mit 4 bis 10 C-Atomen oder aus einer Mischung aus zwei oder mehreren dieser Polymeren. Die Comonomeren sind in den Polymerisaten im wesentlichen statistisch verteilt.

Geeignete Kaltsiegelschichten bestehen aus Polymerisaten auf der Basis von natürlichem oder synthetischem Kautschuk. Geeignete äußere Deckschichten bestehen auch aus Acrylaten, wie sie in der EP-A-0 214 790, EP-A-0 254 417 und CH-PS 632 777 beschrieben sind, oder aus Vinylidenchlorid-Copolymerisaten, wie sie in der EP-A-0 088 535 genannt sind. Diese Verbindungen müssen mit einer haftvermittelnden Schicht auf der darunterliegenden Schicht aus Polyolefin verankert werden. Geeignete Primer sind ebenfalls in den genannten Schriften aufgeführt.

Bei Verwendung der Folie als Verpackungsmaterial ist der bzw. den Deckschichten zur Verbesserung der Gleitfähigkeit im Hinblick auf eine zufriedenstellende Maschinengängigkeit und im Hinblick auf ein reibungsloses Einfüllen des verpackten Packguts in Beute ein Gleitmittel zugefügt. Als Gleitmittel wird zweckmäßigerweise ein Polydialkylsiloxan, vorzugsweise mit 1 bis 4 C-Atomen in der Alkylgruppe, eingesetzt, wobei Polydimethylsiloxan besonders bevorzugt ist. Die Einsatzmenge des Polydialkylsiloxans in der Deckschicht bzw. den Deckschichten beträgt 0,2 bis 2,5 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 1,6 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Deckschichten.

Die Gesamtdicke der Folie beträgt 20 bis 120, vorzugsweise 25 bis 60 Mikrometer, wobei die Dicke der Deckschicht(en) jeweils 0,2 bis 2, vorzugsweise 0,5 bis 1 Mikrometer beträgt.

Um bestimmte Eigenschaften der erfindungsgemäßen Folie noch weiter zu verbessern, können sowohl die Basisschicht als auch die Deckschicht(en) entsprechende Zusätze in einer jeweils wirksamen Menge enthalten, vorzugsweise seien Antistatika und Nukleierungsmittel (Keimbildner) genannt. Als Keimbildner können beispielsweise Dibenzylidensorbitol oder Natriumbenzoat und als Antistatika beispielsweise ethoxylierte Amine oder Fettsäureamide eingesetzt werden. Als positiv hat sich insbesondere der Zusatz von Verarbeitungsstabilisatoren zur Kernschicht erwiesen. Hierbei handelt es sich um Verbindungen, die den thermischen Abbau der Polymeren bei der Herstellung der Folie verhindern sollen. Zu diesen Verbindungen gehören Phosphitstabilisatoren und/oder Diphosphitstabilisatoren, wie z.B. Tris-(2,4-ditert.butylphenyl)phosphit und Bis-(2,4-ditert.butylphenyl)pentaerythrit-diphosphit in Mengen von 0,05 bis 0,3 Gew.-%, bezogen auf die Kernschicht. Als besonders vorteilhaft hat sich ferner der Zusatz eines optischem Aufhellers erwiesen, der in einer Menge von 100 bis 500, insbesondere 150 bis 250 ppm, bezogen auf die Kernschicht, eingesetzt wird. Insbesondere zur Verbesserung der Konfektionierbarkeit kann der Deckschicht bzw. den Deckschichten 0,1 bis 1 Gew.-% eines organischen oder anorganischen Antiblockmittels zugesetzt werden. Geeignete Antiblockmittel sind beispielsweise organische Polymerisate wie Polyamide, Polyester, Polycarbonate und dergleichen, die mit dem Polymer in der Deckschicht unverträglich sind und in Form von Partikeln vorliegen. Ebenso eignen sich anorganische Partikel, insbesondere Siliciumdioxid.

Die Folie wird durch Extrusion der Trägerschicht bzw. durch Coextrusion der die einzelnen Schichten bildenden schmelzflüssigen Polymermaterialien durch eine Flachdüse, Abschreckung und Verfestigung des Schmelzfilms, anschließendes biaxiales Streckorientieren in Längs- und Querrichtung und abschließendes Hitzefixieren hergestellt. Zum biaxialen Strecken wird die Folie erhitzt und zuerst in Längsrichtung und dann in Querrichtung gestreckt. Die Längsstreckung erfolgt beispielsweise bei 120 bis 130 °C im Verhältnis 5:1 bis 7:1 und die anschließende Querstreckung bei 160 bis 170 °C im Verhältnis 8:1 bis 10:1, die Hitzefixierung bei 150 bis 160 °C etwa 0,5 bis 10 s lang. Die Oberflächen der Deckschichten können erforderlichenfalls nach der Hitzefixierung noch einer Oberflächenbehandlung, wie Corona- oder Flammbehandlung unterzogen werden, um der Folie für das Aufbringen weiterer Beschichtungen eine verbesserte Aufnahmefähigkeit zu verleihen und um die Verklebbarkeit bzw. Kaschierbarkeit oder Bedruckbarkeit zu verbessern.

Die Trägerschicht wird bevorzugt über Masterbatchtechnik erzeugt, d.h. entsprechend dem gewünschten Gehalt von Titandioxid-Teilchen werden Polypropylenrohstoff und Titandioxid-Masterbatch einem Extruder zur Bildung der Trägerschicht zugefügt. Unter dem Begriff Masterbatch ist bekanntlich eine Stammischung zu verstehen, insbesondere ein granulatförmiges staubfreies Konzentrat eines Kunststoffrohstoffes mit hohen Mengen Füllstoffen, das in der Masseaufbereitung als Zwischenprodukt verwendet wird, so als Zusatz zu füllstofffreiem Granulat vor dem Extrudieren, um daraus bestimmte Mengen an Füllstoff enthaltenden Formkörpern herzustellen. Das erfindungsgemäß für den Zusatz von TiO<sub>2</sub> eingesetzte Masterbatch zeichnet sich dadurch aus, daß es mehr als 30 Gew.-%, bevorzugt 40 bis 75 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht aus Polymeren plus Füllstoffe, an TiO<sub>2</sub>-Teilchen enthält und daß es als zylinder- oder linsenförmiges Granulat vorliegt. Als Trägerpolymer für das TiO<sub>2</sub>-Masterbatch werden Polyolefine, olefinische Mischpolymerisate mit 2 bis 8 C-Atomen je Olefineinheit oder Mischungen aus diesen Verbindungen eingesetzt. Das bevorzugte Trägerpolymer ist Polypropylen, Polyethylen oder eine Mischung von Polypropylen und Polyethylen.

Das Schüttgewicht beider Masterbatche beträgt 700 bis 1 500 g/l, bevorzugt 950 bis 1 250 g/l. Die Bestimmung des Schüttgewichts erfolgt nach DIN 53 466. Das Verhältnis des Schüttgewichts des Polypropylenrohstoffs zum Schüttgewicht des Masterbatches ist kleiner als 0,80, bevorzugt kleiner als 0,65.

Die erfindungsgemäße Folie zeigt einen hohen Weißgrad, gute mechanische Eigenschaften und eine Dichte, die bei 0,9 bis 1,1, insbesondere 0,95 bis 1,05 g/cm³ liegt.

Die erfindungsgemäße Folie eignet sich wegen ihrer vorteilhaften Eigenschaften, insbesondere wegen ihres hohen und dauerhaften Weißgrades als Verpackungsmaterial und auch für technische Zwecke, z.B. als Kaschierfolie, Etikettfolie oder als Klebebandträgerfolie.

Die Erfindung wird durch die nachfolgenden Beispiele näher erläutert.

### Beispiel 1

Es wird eine Polypropylenfolie mit beidseitig vorhandenen heißsiegelbaren Oberflächenschichten aus einem statistischen Ethylen-Propylen-Copolymerisat (C<sub>2</sub>-Gehalt 4,5 Gew.-%) [ABA-Folie] bei etwa 270 °C durch eine Flachdüse coextrudiert. Die Mischung (Schmelze) der Kernschicht der Folie besteht aus 91,0 Gew.-% Polypropylen und 8,5 Gew.-% TiO<sub>2</sub> (Rutil) mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 0,2

Mikrometer, das eine anorganische Beschichtung aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(4 g/100 g TiO<sub>2</sub>) sowie eine organische Beschichtung aus Stearinsäure (1 g/100 g TiO<sub>2</sub>) aufweist, wobei die Mischung der Kernschicht aus 84,5 Gew.-% Polypropylen und 15,5 Gew.-% eines Masterbatches aus 55 Gew.-Teilen beschichtetes TiO<sub>2</sub> und 45 Gew.-Teilen Polypropylen gebildet wird. Das jeweilige Schüttgewicht beträgt 530 g/l für Polypropylen und 750 g/l für das Masterbatch mit TiO<sub>2</sub>.

Die Folie wird zunächst längs (Streckverhältnis 5:1) und dann quer (Streckverhältnis 10:1) verstreckt. Die biaxial orientierte Folie hat eine Foliendicke von 30 Mikrometer, wobei die Siegelschichten jeweils 0,8 Mikrometer dick sind. Die Foliendichte beträgt 0,98 g/cm<sup>3</sup>.

#### o Beispiel 2

15

25

35

Beispiel 1 wird wiederholt, die TiO<sub>2</sub>-Teilchen sind in analoger Weise mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> beschichtet. Anstelle von Stearinsäure wird Polydimethylsiloxan (1,5 g/100 g TiO<sub>2</sub>) zur zusätzlichen Beschichtung der TiO<sub>2</sub>-Teilchen verwendet.

#### Vergleichsbeispiel 1

Beispiel 1 wird wiederholt, die TiO<sub>2</sub>-Teilchen sind in analoger Weise mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(4 g/100 g TiO<sub>2</sub>) sowie mit Stearinsäure (1 g/100 g TiO<sub>2</sub>) beschichtet. Die Kernschicht der Folie enthält zusätzlich 6 Gew.-% eines Masterbatches aus 70 Gew.-Tl. CaCO<sub>3</sub> und 30 Gew.-Tl. Polypropylen. Die Foliendichte beträgt 0,72 g/cm<sup>3</sup>.

### Vergleichsbeispiel 2

Vergleichsbeispiel 1 wird wiederholt, die TiO2-Teilchen sind nur mit Al2O3 (4 g/100 g TiO2) beschichtet.

#### Vergleichsbeispiel 3

Beispiel 1 wird wiederholt, die TiO2-Teilchen sind nur mit Al2O3 beschichtet (4 g/100 g TiO2).

### 30 Vergleichsbeispiel 4

Beispiel 1 wird wiederholt, die TiO2-Teilchen sind nur mit Stearinsäure beschichtet (1 g/100 g TiO2).

#### Vergleichsbeispiel 5

Beispiel 1 wird wiederholt, die TiO2-Teilchen bleiben unbeschichtet.

Der Weißgrad, die Vergilbungstendenz, der Elastizitätsmodul, die Reißfestigkeit und die Reißdehnung der erhaltenen Folie sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt.

Die Bestimmung des Weißgrades erfolgt mit Hilfe des elektrischen Remissionsphotometers "ELREPHO" der Firma Zeiss, Oberkochem (DE), Normlichtart C, 2° Normalbeobachter. Der Weißgrad wird als WG = RY + 3RZ - 3RX definiert.

WG = Weißgrad, RY, RZ, RX = entsprechende Reflexionsfaktoren bei Einsatz des Y-, Z- und X-Farbmeßfilters. Als Weißstandard wird ein Preßling aus Bariumsulfat (DIN 5033, Teil 9) verwendet. Ein Folienmuster (Größe DIN A 4) wird in einer Vorrichtung vom Typ Suntest CPS der Firma Heraeus, Hanau (DE), mehrere Tage bestrahlt, Bestrahlungsstärke 765 W/m², und anschließend mit unbewaffnetem Auge mit einem nicht bestrahlten Muster verglichen.

Der Elastizitätsmodul, die Reißfestigkeit und die Reißdehnung werden nach DIN 53 457 bestimmt.

Aus der Tabelle ist klar zu ersehen, daß, sobald andere anorganische Teilchen in der Trägerfolie vorhanden sind, bzw. die TiO<sub>2</sub>-Teilchen nicht oder allein mit einem organischen oder einem anorganischen Überzug versehen sind, entweder der Weißgrad oder die mechanischen Eigenschaften der Folie sich verschlechtern.

daer 30 30 5 Reißdehnung längs 180 180 100 190 10 dner 150 Reilsfestigkeit 15 längs 135 130 100 120 120 130 8 20 3500 4500 4600 < 3500 dner E-Modul N/mm² TABELLE 25 2300 2300 2200 1900 1900 2400 2200 längs Vergilbungs-30 sehr gering sehr gering sehr gering deutlich deutlich tendenz gering gering 35 Weißgrad 90 75 7 92 40 Vergleichsbeispiel Vergleichsbeispiel Vergleichsbeispiel Vergleichsbeispiel Vergleichsbeispiel 45 Beispiel 1 Beispiel 50

#### 55 Patentansprüche

 Biaxial streckorientierte, weiße Folie mit einer Trägerschicht auf Basis von Propylenpolymeren und einoder beidseitiger Deckschicht, dadurch gekennzeichnet, daß die Trägerschicht Teilchen aus Titandioxid



enthält, wobei die Teilchen aus Titandioxid eine Beschichtung aus mindestens einem anorganischen Oxid und mindestens einer organischen Verbindung mit polaren und unpolaren Gruppen aufweisen.

- Folie nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Titandioxid-Teilchen 7 bis 12 Gew. %, bezogen auf die Trägerschicht, beträgt.
  - Folie nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Teilchengröße der Titandioxid-Teilchen 0,15 bis 0,3 Mikrometer beträgt.
- 70 4. Folie nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Titandioxid-Teilchen überwiegend aus Rutil bestehen.
  - 5. Folie nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Titandioxid-Teilchen mit 1 bis 12, insbesondere 2 bis 6 g anorganischen Oxiden und 0,5 bis 3, insbesondere 0,7 bis 1,5g organischer Verbindungen, bezogen auf 100 g Titandioxid-Teilchen, beschichtet sind.
  - 6. Folie nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Titandioxid-Teilchen mit anorganischen Oxiden auf Basis von Aluminium, Silicium, Magnesium und/oder Zink und organischen Verbindungen aus der Gruppe der Fettalkohole, Fettsäuren und Polydiorganosiloxane, insbesondere Polyalkylhydrogensiloxane und/oder Polydialkylsiloxane, wobei die Alkylgruppen 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 3 C-Atome aufweisen, beschichtet sind.
  - 7. Folie nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Dichte der Folie bei 0,9 g/cm³ bis 1,1 g/cm³, insbesondere bei 0,95 g/cm³ bis 1,05 g/cm³ liegt.
  - 8. Verfahren zur Herstellung der Folie nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Mischung für die Trägerschicht, bestehend aus einem Granulat von Polypropylen, welches keine anorganischen Teilchen enthält, und einem Masterbatch, welches die beschichteten Titandioxid-Teilchen sowie Polypropylengranulat enthält, und die Polymermaterialien, welche die Deckschicht oder die Deckschichten bilden, coextrudiert und die erhaltene Folie durch Streckung in Längs- und Querrichtung orientiert und anschießend thermofixiert.
  - Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Titandioxid-Teilchen in einem Masterbatch vorliegen, wobei der gesamte Anteil der Teilchen, bezogen auf die Mischung von Granulat aus Propylenpolymeren und Titandioxid-Teilchen, 40 bis 75 Gew.-% beträgt.
  - Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Schüttgewicht des Masterbatches 700 bis 1 500, insbesondere 950 bis 1,250 g/l (DIN 53 466) beträgt.
- 40 11. Verwendung der Folie nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7 als Klebebandfolie, Verpakkungsmaterial, Etikett oder Kaschierfolie.

50

45

15

20

25

30

35

55



## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 91 11 3739

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE					
(ategorie		nts mit Angabe, sowelt erforderlic Igeblichen Telle		Betrifft Inspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. CI.5)
D,Y	EP-A-0 244 614 (HOECHS	A-0 244 614 (HOECHST AG) 		6	B 32 B 27/20 B 65 D 65/40
D,A	EP-A-0 244 614 (* Seite 3, Zeile 19 - Zeile 31; Ansprüche 1,3; Beispiel 2 *) * Seite 3, Zeile 19 - Zeile 31; Ansprüche 1,3; Beispiel 2 * *			7-9,11	
Υ	GB-A-1 047 539 (BRITISH	I TITAN PRODUCTS CON	IP.) 1,	6	
Α	GB-A-1 047 539 (* Seite 1 1-4,11,12 *)	, Zeile 29 - Zeile 39; Ansp	rüche 5		
Y	WORLD PATENTS INDEX LATEST 19. April 1983 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 84-309746 & JP-59 193 936 (SUMITOMO ARUMINIUMU SEIREN K.K.) 2. November 1984 * Zusammenfassung * *			6	
D,A	DE-A-2 646 965 (H. TAKAHASHI) * Seite 5, Absatz 2 - Seite 9, Absatz 1; Ansprüche 1,2,5-9; Beispiele 4,5,8,14,17 * *			6,7,9	RECHERCHIERTE
D,A	DE-A-3 817 909 (TIOXIDE * Seite 3, Zeile 10 - Zeile 28	3; Ansprüche 1-3,5,7,10 * *	1-		B 32 B
	Recherchenort	Abschlußdatum der Rech	erche		Prüfer
Den Haag 20 Dezember 91				DERZ T.	
Y: A: O:	KATEGORIE DER GENANNTEN I von besonderer Bedeutung allein bi von besonderer Bedeutung in Verbi anderen Veröffentlichung derselber technologischer Hintergrund nichtschriftliche Offenbarung Zwischenilteratur	DOKUMENTE etrachtet ndung mit einer	E: älteres Pa nach dem D: In der Ann L: aus ander	Anmelded neldung an ren Gründer	ent, das jedoch erst am oder atum veröffentlicht worden ist geführtes Dokument n angeführtes Dokument t Patentfamilie,

T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze